

(JP 02-607028 published on December 18, 1990)

01251883 **Image available**

STAINPROOF FINISHING AGENT

PUB. NO.: 58-189283 [JP 58189283 A]

PUBLISHED: November 04, 1983 (19831104)

INVENTOR(s): MATSUO HITOSHI

ITO KATSUJI

HAYASHI TAKAO

ODA YOSHIO

APPLICANT(s): ASAHI GLASS CO LTD [000004] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 57-071297 [JP 8271297]

FILED: April 30, 1982 (19820430)

INTL CLASS: [3] C09K-003/00; C09K-003/18; D06M-013/38; D06M-015/52

JAPIO CLASS: 13.9 (INORGANIC CHEMISTRY — Other); 15.9 (FIBERS — Other)

JAPIO KEYWORD: R508 (TEXTILES — Stain Resistance Fibers)

JOURNAL: Section: C, Section No. 208, Vol. 08, No. 24, Pg. 95,

February 02, 1984 (19840202)

ABSTRACT

PURPOSE: To provide a stainproof finishing agent with excellent abrasion resistance, containing a specified polyfluoroalkyl group-containing compound as effective ingredient.

CONSTITUTION: The stainproof finishing agent contains as effective ingredient a polyfluoroalkyl group-containing compound shown by the formula (where R(sub 1) is 1-20C polyfluoroalkyl; X is -R-, -CON(R')-Q- or -SO(sub 2)N(R')-Q- (R is divalent alkylene; R' is H or lower alkyl; Q is a divalent organic group); A and A' are each -O-, -S- or -N(Z')- (Z' is H or a univalent organic group); Z is a univalent organic group; W is a trivalent organic group; a is 1-3) and having a molecular weight of 800-3,000. For better adhesion to the surface of synthetic fiber and improved durability, a compound of the formula in which a is 1-2 and which contains at least one -NHCO-A'-Z group is preferred.

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 特許公報(B2)

平2-60702

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成2年(1990)12月18日

C 09 K 3/00
3/18
D 06 M 13/428

1 1 2
1 0 2

9049-4H
7106-4H

発明の数 1 (全11頁)

⑮ 発明の名称 防汚加工剤

審判 昭60-5883

⑯ 特 願 昭57-71297

⑰ 公 開 昭58-189283

⑱ 出 願 昭57(1982)4月30日

⑲ 昭58(1983)11月4日

⑳ 発 明 者 松 尾 仁 神奈川県横浜市緑区大熊町39 大倉山陽光ハイツ418号

㉑ 発 明 者 伊 藤 勝 治 神奈川県横浜市旭区鶴ヶ峰2-59-1

㉒ 発 明 者 林 孝 雄 神奈川県逗子市逗子7-13-29

㉓ 発 明 者 小 田 吉 男 神奈川県横浜市保土ヶ谷区上菅田町435

㉔ 出 願 人 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

㉕ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外1名

審判の合議体 審判長 金 谷 宥 審判官 今 村 定 昭 審判官 田 中 倫 子

㉖ 参 考 文 献 特公 昭46-37039 (JP, B1)

1

2

⑳ 特許請求の範囲

1 一般式 $(R_1-X-A-CONH)_n-W-(NHCO-A'-Z)_m$ で表わされ且つ分子量が800~3000であるポリフルオロアルキル基含有化合物を有効成分として含有する防汚加工剤。

但し、上記一般式において、 R_1 は炭素数1~20個のポリフルオロアルキル基であり、 X は $-C_mH_{2m}-$ (但し、 m は1~10の整数を示す)の一つであり、 A 及び A' は $-O-$ 又は $-N(Z')$ (但し、 Z' は水素原子、アルキル基を示す)の一つであり、 Z はアルキル基(但し、直鎖状ステアリル基を除く)又は低級置換アルキル基であり、 W は三官能イソシアネート化合物から三個の $-NCO$ 基を除去した三個の有機残基であり、 a は1~2の整数である。

2 R_1 が C_nF_{2n+1} (但し、 n は4~16の整数を示す)で表わされるパーフルオロアルキル基、 X が C_mH_{2m} 、 A が $-O-$ 、 A' が $-O-$ 又は $-N(Z')$ (但し、 Z' は水素原子、アルキル基を示す)の一つであり、 Z がアルキル基(但し、直鎖状ステアリル基を除く)又は低級置換アルキル基、 W が三官能イソシアネート化合物から三個の $-NCO$ 基を除去した三個の有機残基であり、 a は1~2の整数である特許請求の範囲第1項記載の防汚加

工剤。

3 $-A'-Z$ が $-OCH_2CH-CH_2-$ $-OR'$ (但し、

5 R' は直鎖状ステアリル基を除くアルキル基)、
 $-OCH_2CH_2CN-$ 、 $-OCH_2CH_2NO_2-$ 、
 $-OCH_2CH_2OH-$ 、 $-NHCH_2OH-$ 、

10 $NHCH_2CH_2OH-$ 、 $-N\begin{matrix} CH_2 \\ | \\ CH_2 \end{matrix}$ 、 $-NHR'$ (但し、 R' は上記に同じ)、 $-NR'R'$ (但し、 R' は上記に同じ)、 $-N(CH_2CH_2OH)_2$ 又は

15 $-NHCH_2CH_2OCH_2CH-CH_2-$ $-OR'$ である特許請求の範囲第2項記載の防汚加工剤。

発明の詳細な説明

本発明は、特定のポリフルオロアルキル基含有化合物を有効成分として含有する新規な防汚加工剤に関する。

従来、ポリフルオロアルキル基(以下、PFA基と略記する)を有する加圧剤による織布、カーベットなど繊維製品の処理においては、一般的にアクリレート系高分子重合体の水性乳化液あるいは

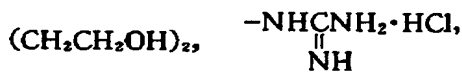
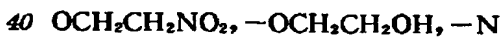
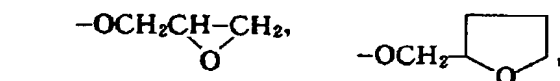
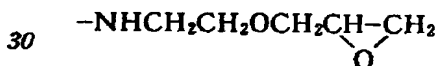
は有機溶剤溶液により、繊維製品の表面に付着コートせしめる方法が採用されている。しかし、かかる高分子加工剤は、主として物理的付着力により繊維表面に保持された不連続相であるため、仕上り製品までの工程中に繊維が受ける機械的作用あるいは繊維製品としての使用などにより、摩擦脱落してしまう傾向が認められる。また、PFA基を有する高分子加工剤は、特にカーベットの処理などで重要な耐ドライソイル性などの防汚性の付与効果に難点が認められる。

一方、前記の如き高分子加工剤の難点を解消しようとする各種手段が提案されている。例えば、フタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸などの誘導体からなる低分子量フッ素化合物を加工剤として使用する方法が提案されている。米国特許第3646153号、同第3870748号、同第4209610号明細書などを参照。また、カーベットなどの防汚加工剤として有用な物質として、PFA基を有する各種の含フッ素ウレタン化合物が、例えば米国特許第3398182号明細書、特開昭53-112855号、同54-74000号公報などに提案されている。

本発明者の研究によれば、三官能イソシアナート化合物にPFA基含有アルコールなどを反応させて得られる比較的分子量の化合物は、前記高分子加工剤の難点を円滑有利に解消し、また従来の含フッ素ウレタン化合物などの低分子量フッ素化合物に比して摩擦耐久性などが優れているという事が見出された。かかる特定の化合物は、分子量が800~3000程度であり、少なくとも三つのウレタン結合又は尿素結合を有し、更にPFA基を少なくとも1個含有するものである。そして、かかるPFA基含有の特定の化合物は、染色工程前に使用可能であり、更にカーベットなど繊維製品の原糸を紡糸する際の加工剤としても有利に使用可能である。即ち、本発明の特定加工剤は、これを用いて紡糸時に防汚性付与処理が可能であり、染色時にも繊維製品から脱落することがなく、更に染色などに悪影響がない。

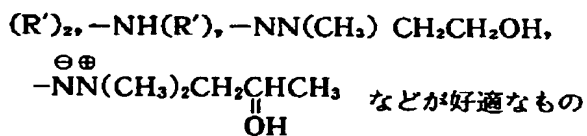
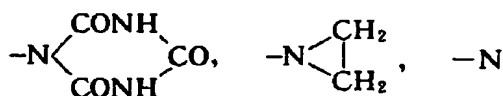
かくして、本発明は、一般式 $(R_1-X-A-CONH)_n \cdot W-(NHCO-A'-Z)_{n-m}$ で表わされ且つ分子量が800~3000であるポリフルオロアルキル基含有化合物を有効成分として含有する防汚加工剤を新規に提供するものである。

上記一般式において、 R_1 は炭素数1~20個、好ましくは4~16個の直鎖状又は分岐状のポリフルオロアルキル基であり、通常は末端部がパーフルオロアルキル基であるものが選定されるが、末端部に水素原子あるいは塩素原子を含むもの、あるいはオキシパーフルオロアルキレン含有基なども使用可能である。 R_1 の好ましい態様は、 $-C_nF_{2n+1}$ (但し、 n は4~16の整数を示す) で表わされるパーフルオロアルキル基であり、 n が6~12のものが特に好ましい。 X は、 $-R-$ 、 $-CON(R')-Q-$ 又は $-SO_2N(R')-Q-$ (但し、 R は二価のアルキレン基、 R' は水素原子又は低級アルキル基、 Q は二価の有機基を示す) の一つであり、好ましくは $-C_mH_{2m}-$ (但し、 m は1~10の整数を示す) で表わされる炭素数1~10個の二価のアルキレン基、特に炭素数2~4個の二価のアルキレン基が選定される。また、 Q は二価の有機基であるが、通常は $-R-$ なる二価のアルキレン基が好適なものとして例示される。 A 及び A' は、各々 $-O-$ 、 $-S-$ 又は $-N(Z')-$ (但し、 Z' は水素原子又は一価の有機基を示す) の一つであり、入手容易性の面からは A が $-O-$ であり、 A' が $-O-$ 又は $-N(Z')-$ であるのが好ましい。そして、 Z は一価の有機基であり、前記 Z' と同様であっても良く、また Z' と一緒に環を形成していても良い。例えば、 $-A'-Z$ としては、 $-OR'(R'$ はアルキル基)、 $-NHCH_2OH$ 、 $-NHCH_2CH_2OH$ 、



5

6

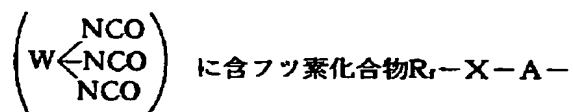


として例示可能である。

而して、前記一般式のPFA基含有化合物において、Wは三価の有機基であり、aは1～3の整数である。かかるPFA基含有化合物は、分子量が800～3000程度、好ましくは1000～2000程度であることが重要である。余りに高分子量の場合には、耐久性に優れた防汚処理の効果が僅少となり、染色工程前の使用あるいは原糸の紡糸時の使用に難点が生ずる。また、比較的低分子量の含フッ素ウレタン化合物の如き二官能イソシアナート

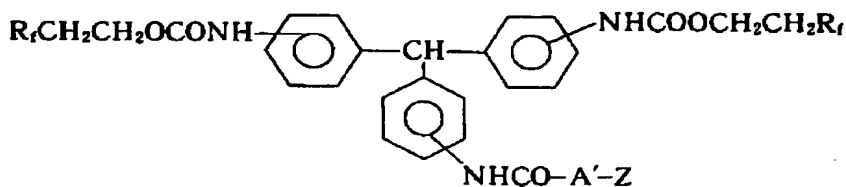
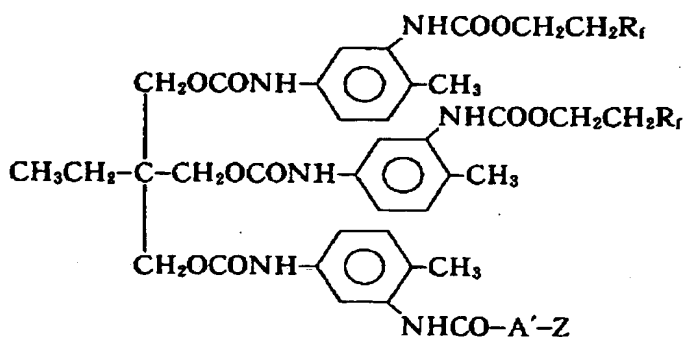
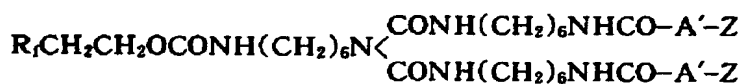
化合物からの誘導体にして、本発明の三官能イソシアナート化合物からの誘導体は、前記耐久性が優秀である。

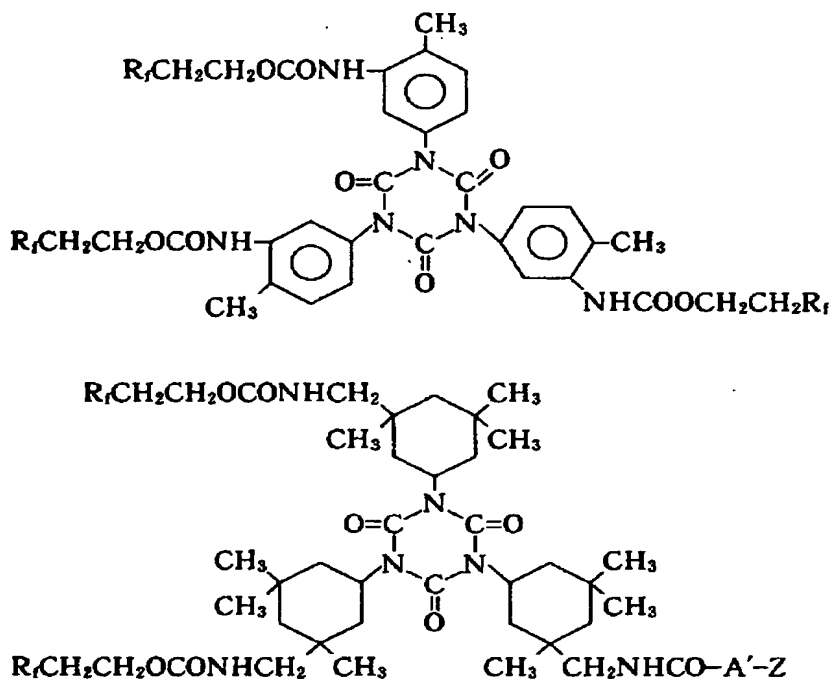
本発明においては、aが3であるPFA基含有化合物も可能であるが、合成繊維表面への充分なる付着によつて耐久性をより向上させるという観点から、aが1～2であり、少なくとも一個の-NHCO-A'-Z基を含有するものが好適である。そして、通常は、三官能イソシアナート化合物



Hと化合物Z-A'-Hとを反応せしめることによつて、本発明のPFA基含有化合物が合成され得る。

本発明の特定のPFA基含有化合物としては、次の如き具体例が例示され得る。





本発明においては、特定のPFA基含有化合物の有機溶液あるいは有機分散液の使用も可能であるが、染色工程などへの適用を考慮すると、水性分散液での使用が特に好適である。この場合、分散剤としての界面活性剤は、ノニオン系、アニオン系、カチオン系、両性系など各種のものが採用可能であり、これらを適宜併用しても良い。特定のPFA基含有化合物の分散を助長する目的で有機溶剤を併用しても良い。また、特定のPFA基含有化合物を水を主体とする媒体中に分散せしめる場合、一般式 $R_1-X-A-CONH-Y-NHCO-T$ で表わされる親水基含有ウレタン化合物の如きフツ素系界面活性剤の共存下に分散せしめてもよい。このにおいて、 R_1 、 X 及び A は前記の通りであり、 Y は二価の有機基、 T は親水基である。 T としては、 $-(CH_2CH_2O)_1-R^2$ （但し、 1 は $1\sim 50$ の整数、 R^2 は水素原子又は炭素数 $1\sim 4$ 個の低級アルキル基を示す）などで代表されるノニオン性基、 $-(CH_2CH_2O)_1-SO_3M$ （但し、 M は水素原子、アルカリ金属又はアンモニウム基の一つを示す）、 $-(CH_2CH_2O)_1-PO_3M$ 、 $-CH_2CH_2SO_3M$ 、 $-CH_2CH_2COOM$ などのアニオン性基、さらには $-CH_2CH_2N^{\oplus}R^4R^5R^6X^{\ominus}$ （但し、 R^4 、 R^5 、 R^6 はアルキル基、アリール基など

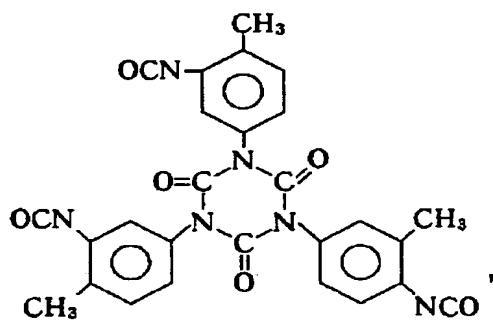
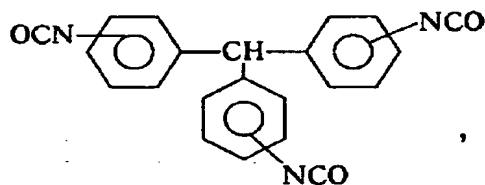
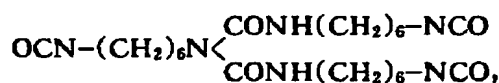
を示し、 X は Cl 、 Br 、 I 、 $OCOCH_3$ などを示す）などのカチオン性基など種々のものが例示可能であるが、他の処理剤との併用性の点からノニオン性の基、例えば $-(CH_2CH_2O)_{22}-CH_3$ などが好ましく採用可能である。そして、かかる親水基含有ウレタン化合物を共存させる場合、特定のPFA基含有化合物／親水基含有ウレタン化合物の重量比で $99/1\sim 25/75$ 、好ましくは $95/5\sim 50/50$ の範囲からその共存割合が選定される。

特定のPFA基含有化合物の水中への分散の際に併用される有機溶剤としては、ジオキサン、テトラヒドロフラン、エチルプロピルエーテルの如き水溶性エーテル類、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチル

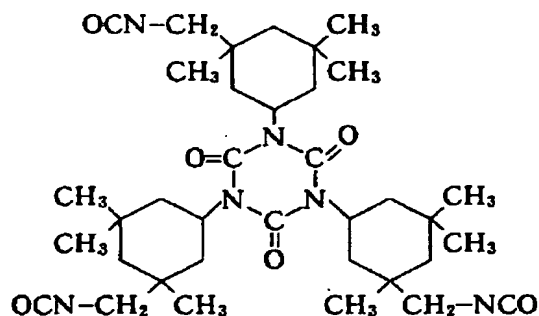
9

エーテル、トリエチレングリコールモノプロピルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル等の水溶性グリコールエーテル類、ホルムアミド、ジメチルホルムアミド、アセトアミド等のアミド類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソプロピルケトン、メチルイソブチルケトン、ジアセトンウルコールの如きケトン類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールの如きアルコール類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチルの如きエステル類などが例示され得る。かかる有機溶剤の添加量は、特定のPFA基含有化合物（他のPFA基含有化合物を併用した場合には、これらとの総量）100重量部当たり通常10~300重量部、好ましくは20~150重量部の範囲から選定される。

前記具体例からも明らかなように、Wは三価の有機基であれば特に限定されない。即ち、W(NCO)₃なる三官能イソシアナート化合物にて例示すれば、



10



などの如く、Wは広範囲にわたって例示され得るものである。そして、W(NCO)₃なる三官能イソシアナート化合物の選定は、入手の容易性、特定のPFA基含有化合物としての分子量などを考慮して行なわれるものである。

また、前記におけるR₁-X-A-Hとしては、通常はR₁-R-OH型の含フッ素アルコールが好適に採用される。R₁中の炭素数あるいはRなどが異なる複数の含フッ素アルコールの混合物を原料として使用することにより、特定のPFA基含有化合物を混合物の形態で製造することも可能である。更に、Z-A'-Hについては、A'が-O-であるアルコール類又はA'が-N(Z')-であるアミン類が、本発明で特に好適な実施態様である。Z-A'-Hとしては、合成繊維表面との親

和性付与などから、 $\text{CH}_2-\text{CH}(\text{O})-\text{CH}_2-\text{OH}$ の如

きアルコール類などの他に、アルカノールアミン類、ジアミン類、あるいはアンモニアとメチロール化剤との組合せなどでも良い。

本発明において、特定のPFA基含有化合物を水を主体とする媒体に分散せしめて水性分散液形態で使用する場合、該分散手段としては種々の方法が採用可能である。例えば、PFA基含有化合物と乳化剤（界面活性剤）と水性媒体との混合物を加熱下に高速攪拌後室温まで冷却する方法、PFA基含有化合物の有機溶剤溶液（場合によっては乳化剤を添加）を乳化剤の水溶液に攪拌下に滴下する方法、あるいはPFA基含有化合物の有機溶剤溶液中に乳化剤の水溶液を攪拌下に滴下する方法、PFA基含有化合物と乳化剤の有機溶剤溶液を水の中に攪拌下に滴下するかあるいは逆に水を滴下する方法などが採用可能である。

本発明の防汚加工剤を水性分散液型とした場合の固形分濃度は、特に限定されないが、通常は5～60重量%、好ましくは15～50重量%に調整され、加工に当つてはこれを水によつて0.1～4重量%程度に稀釈した状態で使用される。そして、かゝる水性分散液型防汚加工剤は、有機溶剤型のものに比して、原液の引火点が高い、固形分濃度を高くすることが可能であるなどの利点があり、更に加工時の作業環境汚染を極小にすることができるなどの種々の利点を有するものである。

本発明の防汚加工剤は、ポリアミド、ポリエステル、皮革、木などから構成される各種の物品、例えば、カーペット、応接セット、カーテン、壁紙、車輛の内装品などのインテリア製品は勿論のこと、屋外テントなどにも有利に適用可能である。特に、合成繊維の防汚加工剤として有用であり、染色工程前やあるいは原糸の紡糸時にも適用可能であるという特徴を有する。

本発明の防汚加工剤の施工方法としては、特に限定されることなく、周知ないし公知の各種の方法が採用可能であり、例えば、浸漬、噴霧、塗布の如き被覆加工の既知の方法により、被処理物の表面に付着させあるいは吸収させ乾燥するなどの方法による施工が可能である。また、施工に際して、帯電防止剤、防虫剤、難燃剤、染料安定剤、防シワ剤などの各種処理剤、添加剤などを併用することも可能である。

以上の如き本発明の防汚加工剤は、次の如き利点を有する。紡糸時加工用として高い性能を繊維に付与でき、防汚性が良く、摩擦耐久性が高い。更に、紡糸油との相溶性も高く、特に水性分散液型の場合に安定性の高いものができ、染色時に加工剤が脱落せず、満足できる染色が可能である。

次に、本発明の実施例について更に具体的に説明するが、かゝる説明によつて本発明が何ら限定されないことは勿論である。割合は特に明示しない限り、重量%又は重量部である。

なお、以下の実施例及び比較例において、撥水性及び撥油性は、次の様にして測定した。即ち、撥水性は、イソプロパノール20容量部及び水80容量部よりなる混合溶液を、試料布の上、二ヶ所に数滴置き、該溶液が浸み込むまでの時間でもつて表わし、また撥油性は下記第1表に示された試験溶液を試料布の上、二ヶ所に数滴(径約4mm)置

き、30秒後の浸透状態により判定する(AATCC-TM118-1966)。

第 1 表
(AATCC TM118-1966)

撥油性	試 験 溶 液	表面張力 dyne/cm25°C
8	n-ヘプタン	20.0
7	n-オクタン	21.8
6	n-デカン	23.5
5	n-ドデカン	25.0
4	n-テトラデカン	26.7
3	n-ヘキサデカン	27.3
2	ヘキサデカン35/Nujol 65混合溶液	29.6
1	Nujol	31.2
0	1に及ばないもの	

防汚性は、試料布を5×7cmに切断し、下記第2表に示した乾燥汚れ(試料に対して2倍重量)と試料を容器に入れ、3分間激しく混合攪拌し汚染する。汚染後、電気掃除器で余剰の汚れを除去し、反射率を測定して汚染度を求め評価した。汚染度は次式により算出する。

$$\text{汚染度}(\%) = \frac{R_0 - R}{R_0} \times 100$$

(R₀: 未汚染布の反射率)

R: 汚染布の反射率)

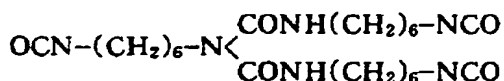
第 2 表

材 料	重量%
ビートモス	38
セメント	17
カオリンクレー	17
シリカ	17
カーボンブラック	1.75
酸化第二鉄	0.50
鉱油	8.75

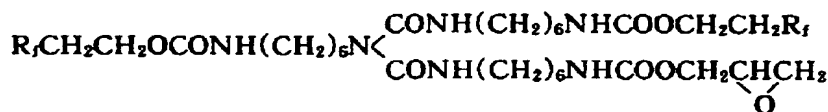
合成例 1

均一管付き滴下ロート、温度計、冷却管及び真空スターラを装着し、オイルバス上にセットした内容積500ccの四口フラスコにポリイソシアナート

13



の95.6g (0.2モル)、ジブチルチンジラウレート
(C_4H_{10})₂Sn(OCOC₁₂H₂₅)₂の0.3g、ジオキサン 5
100gをしこみ攪拌を開始する。乾燥窒素で系内
の空気を置換した後、液温を80℃に上げ保持す
る。滴下ロート上部から均圧管を通して系内に少
量の乾燥窒素ガスを連続的に送り込むことによつ
て、系内を窒素雰囲気中に保ちながら、 $\text{C}_n\text{F}_{2n+1}$ 10
 $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (但し、 n は6, 8, 10, 12の混合
物で平均値9.0)の205.6g (0.4モル)を滴下ロー*



であつた。

合成例 2

合成例1のR ₁ 化合物	10部
酢酸ブチル	15部
PBC-44(日光ケミカル社製ノニオン系乳化剤)	2部
Tween80(花王・アトラス社製ノニオン系乳化剤)	2部
フアーミンDMC(花王石鹼社製カチオン系乳化剤)	1部
水(脱イオン水)	70部

上記混合物を80℃で30分間、1000rpmで攪拌して前乳化させ、次いでホモジナイザーを使用して60℃で30分間乳化し、水性ラテックスからなる加工剤を調製した。

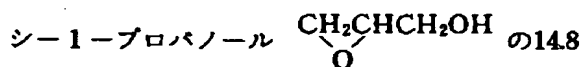
実施例 1

合成例2の水性ラテックスを固形分が0.5重量%になるように脱イオン水で希釈調整した後、ナイロンニット布を該乳濁液に2秒間浸漬し、2本のゴムローラーの間で布を絞ってウェットピックアップを90%とした。次いで、100℃で3分間乾燥した。かくして得られた処理済布について、初期の撥水撥油性能および防汚性能を測定した。結果を、下記第3表に示す。

次に、下記染液をカラーベツト(日本染色機械

14

*トより2時間で滴下した。滴下終了後30分攪拌を続けてから反応温度を60℃に下げ2, 3-エポキ



g (0.2モル)を滴下ロートより流下し1時間攪拌を続けた。反応率は100%であつた。

上記反応混合物はこのままで次の乳化工程に使用することができる。この反応混合物から溶媒のジオキサンを減圧留去した。312gの淡黄色固体を得た。赤外吸収スペクトル及びC₁₃NMRの分析から主生成物は

社製)のボツトに仕込み、ホルダーに上記処理済布を入れ、100℃まで昇温したのち、60分間染色した。

染料 (Suminol Leveling Sky Blue R : 住友化学工業社製酸性染料)	1%owf
(NH ₄) ₂ SO ₄	3%owf
染色助剤 (デイスパーSV : 明成化学工業社製アニオン系分散剤)	1%owf

浴 比 (1 : 20)

被染物を10分間水洗した後、85℃で10分間乾燥した。得られた染色済布の撥水撥油性能および防汚性能を測定した。その結果も下記第3表に示す。

30 実施例 2~9

合成例1と同様にして合成した下記第3表に示すR₁化合物を、合成例2と同様にして水性分散液とし、さらに実施例1と同様に処理したナイロンニット布の撥水撥油性能および防汚性能の測定結果を、下記第3表に示す。

比較例 1~2

下記第3表に示す二官能イソシアナート化合物から誘導されたR₁化合物について、実施例1~9と同様に性能の測定を行ない、その結果を下記第3表に示す。

我 3 集

[illegible]

	R ₁	化 合 物	初 期		染 色		後
			撥水性	撥油性	防汚性	撥水性	
実施例 6	$R_1 \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{OCONH}(\text{CH}_2)_6 \text{NHCOOCH}_2 \text{CH}_2 R_2$ $\text{CONH}(\text{CH}_2)_6 \text{NHCOOCH}_2 \text{CH}_2 \text{CN}$	6	3分以上	8	3分以上	6	8
実施例 7	$R_1 \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{OCONH}(\text{CH}_2)_6 \text{NHCOOCH}_2 \text{CH}_2 R_2$ $\text{CONH}(\text{CH}_2)_6 \text{NHCOO} \begin{array}{c} \text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array}$	6	3分以上	7	3分以上	6	7
実施例 8	$R_1 \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{OCONHCH} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array}$ $\text{C} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array} \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{C} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array} \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array}$ $\text{CH}_2 \text{NHCOOCH}_2 \text{CH}_2 \text{CH} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{O}$	6	3分以上	8	3分以上	6	8

	R ₁ 化 合 物	初 期			染 色 後		
		撥水性	撥油性	防汚性	撥水性	撥油性	防汚性
実施 例 9		3分以上	6	7	3分以上	6	7
比較 例 1		3分以上	6	8	3分	2	15
比較 例 2		3分以上	6	8	2分	2	14

21

前記第3表において、 R_f は C_nF_{2n+1} (但し、 n は6, 8, 10, 12の混合物で平均値9.0)を示している。

第3表に示す実施例1～9の R_f 化合物について、その外観と融点(°C)を第4表に示す。

第 4 表

R_f 化合物	外観	融点(°C)
実施例1の化合物	淡黄色固体	116.7
実施例2の化合物	淡黄色固体	98.3
実施例3の化合物	淡黄色固体	98.4
実施例4の化合物	淡黄色固体	110.5

22

R_f 化合物	外観	融点(°C)
実施例5の化合物	褐色固体	113.2
実施例6の化合物	淡黄色固体	103.3
実施例7の化合物	褐色固体	102.1
実施例8の化合物	淡黄色固体	95.6
実施例9の化合物	淡黄色固体	96.2

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.